

⑫ 公開特許公報(A) 平2-87101

⑬ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)3月28日

G 02 B 1/10

A

8106-2H

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 反射防止膜の製造法

⑯ 特 願 昭63-238385

⑰ 出 願 昭63(1988)9月22日

⑱ 発 明 者	大 脇	泰 人	大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号	日東電工株式会社内
⑲ 発 明 者	橋 本	樹	大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号	日東電工株式会社内
⑳ 発 明 者	宮 崎	司	大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号	日東電工株式会社内
㉑ 出 願 人	日東電工株式会社		大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号	

明 細 書

1. 発明の名称

反射防止膜の製造法

2. 特許請求の範囲

高分子基板表面を酸蒸プラズマにより処理し、その後該表面に反射防止膜を形成することを特徴とする反射防止膜の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は反射防止膜の新規な製造法に関する。

(従来の技術)

ポリエチレンテレフタレート(以下、PETと称す)フィルムのような高分子基板の表面に ZrO_2 、 MgF_2 、 SiO_2 等の反射防止膜を形成せしめた反射防止膜は既に知られている。

そして、この反射防止膜の製造法としては真空蒸着法あるいはスパッタリング法により、基板表面に反射防止膜を薄膜形成する方法が知られており、更に反射防止膜の形成に先立ち、基板表面をアルゴンプラズマで処理する方法も提案されてい

る。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、前者の方法では反射防止膜の形成時の雰囲気温度を基板の軟化点(もしくは融点)よりも低く設定する必要がある。かかる低温で形成された反射防止膜は基板との密着力が弱く、剝離を生じ易いという問題があった。

後者の方法によれば、反射防止膜の基板への密着力の若干の向上が見られるが、未だ充分なものではなかった。

従って、本発明は基板と反射防止膜の密着力の大きな反射防止膜を製造する方法を提供することを目的とするものである。

(課題を解決するための手段)

本発明に係る反射防止膜の製造法は、高分子基板表面を酸蒸プラズマにより処理し、その後該表面に反射防止膜を形成することを特徴とするものである。

本発明に用いる高分子基板は、従来から反射防止膜の基板として使用されていたものをそのまま

使用でき、例えば、ポリプロピレン等のポリオレフィン、PET、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ジエチレングリコールビスアリルカーボネート等から成るフィルム、シート、板等をその具体例として挙げることができる。

上記高分子基板に対する酸素プラズマ処理は、例えば図面に示す装置を用いて行なうことができる。

図面において、1は真空容器であり、真空ポンプ(図示省略)に接続された排気管2と、バルブ3を有するガス導入管4を有している。5は回転可能なローラ電極であり、高周波電圧を印加するための電源6に電気的に接続されている。7はアースである。更に、容器1内には供給ローラ8、巻取りローラ9およびガイドローラ10、11、12、13が配置され、高分子基板14はこれらローラによって導かれる。

この装置により高分子基板を処理するには、真空ポンプにより真空容器1内の雰囲気圧を 10^{-4} Torr以下とした後、バルブ3を開いて酸素を導入

き、 ZrO_2 、 MgF_2 、 SiO_2 、 TiO_2 、 MgO 、 PbF_2 、 Y_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Al_2O_3 、 CeF_3 、 CeO_2 、 HfO_2 、 ZnS 等を用い、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法等にすることができる。かような本発明の方法によれば、高分子基板表面への反射防止層の形成温度が比較的低温(例えば 100°C 以下)でも、該防止層の基板への密着力は強固なものとなる。

(実施例)

以下実施例により本発明を更に詳細に説明する。
実施例1

厚さ $100\mu\text{m}$ の長尺PETフィルムを図面に示す供給ローラ8にセットし、その一端をガイドローラ10、11、ローラ電極5、ガイドローラ12、13を経て巻取りローラに導いておく。

次に、真空ポンプにより真空容器1内の雰囲気圧を 4×10^{-5} Torrとし、バルブ3を開け、ガス導入管4から酸素を供給し雰囲気圧を 3×10^{-5} Torrに調整維持する。

次いで、電源6から高周波電圧をローラ電極5

し、その雰囲気圧を処理に適する真空度 $1 \times 10^{-5} \sim 9 \times 10^{-5}$ Torrとし、電源6によりローラ電極5に高周波電圧を印加すると該電極5上の高分子基板14表面に酸素プラズマが発生し、このプラズマにより高分子基板14の該表面が処理され、化学的に活性化される。

高分子基板表面の処理の程度は放電電力(Watt/cm²)と処理時間(sec)の積(以下、これを処理量と称す)で示すことができ、本発明においては基板処理面と該処理面に形成される反射防止層の密着力向上のため、処理量を通算 $0.1 \text{ Watt} \cdot \text{sec} / \text{cm}^2$ 以上好ましくは $0.2 \sim 1.0 \text{ Watt} \cdot \text{sec} / \text{cm}^2$ とする。

上記放電電力は通常 $0.016 \sim 0.08 \text{ Watt} / \text{cm}^2$ である。また、処理時間は放電電力が小さくなるほど長くなるが、実用的には放電電力を大きくして処理時間を短かくするのがよく、通常 $5 \sim 100$ 秒とする。

本発明の方法においては、次いで高分子基板の酸素プラズマ処理面に反射防止層が形成される。反射防止層の形成は従来と同様に行なうことがで

て印加し、該電極5上の高分子基板14(このときはPETフィルム)の表面に酸素プラズマを発生させる。このとき、ローラ8~13およびローラ電極5を回転させ、PETフィルムを所定速度で移動させる。なお、この際の放電電力は $0.047 \text{ Watt} / \text{cm}^2$ とし、処理時間は60秒とした。

次に、PETフィルムの処理面上にZrをターゲットとして、Ar、 O_2 混合ガス(Ar: $O_2=10:1$ 容重比)雰囲気下において、反応性マグネトロンスパッタリング法により、厚さ 600 \AA の ZrO_2 の反射防止層の形成された反射防止膜を得た。なお、反射防止層形成時の基板温度は約 100°C であった。
比較例1

酸素プラズマ処理をしないこと以外は全て実施例と同様にして反射防止膜を得た。

比較例2

処理時に酸素に代えArを用いること以外は全て実施例と同様に作業して反射防止膜を得た。

実施例2

実施例1と同様に処理したPETフィルムの処理

面上に真空蒸着法により厚さ900 ÅのMgF₂反射防止層を形成した。

上記実施例および比較例によって得られた反射防止膜における基板と反射防止層の密着力について下記試験を行ない、得られた結果を第1表に示す。

(A) アルコール浸漬試験

反射防止膜をエタノール(液温25℃)中に浸漬し、反射防止層が基板から剥離するまでの時間を目視観察した。

(B) テープ剥離試験

反射防止膜上に市販の粘着テープ(日東電工湖製、商品名ポリエステルテープNo.31B)を貼着し、その後これを一気に剥離し、反射防止層の剥離の有無を目視観察した。

第 1 表

	アルコール浸漬試験	テープ剥離試験
実施例1	150時間後も変化なし	剥離無し
実施例2	—	剥離無し
比較例1	10分	剥離有り
比較例2	2'4時間	剥離有り

(発明の効果)

本発明は上記のように構成され、高分子基板表面を反射防止層の形成に先立ち酸蒸プラズマ処理するようにしたので、反射防止層の基板への密着力を向上できる特徴がある。

4. 図面の簡単な説明

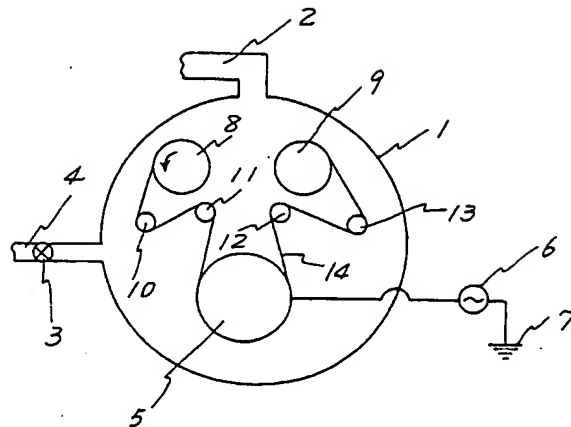
図面は本発明の方法に用いる装置の実例を示す概略図である。

- 1…真空容器 2…排気管 3…バルブ
4…ガス導入管 5…ロール電極 6…電源
8…供給ロール 9…巻取りロール 14…高分子基板

特許出願人

日東電工株式会社

代表者 鎌 居 五 朗



- 1…真空容器 2…排気管
3…バルブ 4…ガス導入管
5…ロール電極 6…電源
8…供給ロール 9…巻取りロール
14…高分子基板

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)